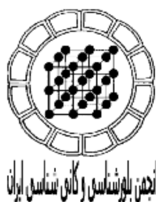
مجله بلورشناسی و کانی‌شناسی ایران

سال بیست و هفتم، شمارهٔ اول، بهار ۹۷، از صفحهٔ ۲۴۵ تا ۲۵۴



تاثیر آلایش Mn بر خواص ساختاری و مغناطیسی نانوذرات فریت شش‌گوشی استرانسیوم

سید ابراهیم موسوی قهفرخی*، مجتبی احمدی، ایرج کاظمی نژاد

گروه فیزیک، دانشکده علوم، دانشگاه شهید چمران اهواز، اهواز، ایران

(دریافت مقاله: ۹۷/۱/۱۵، نسخه نهایی: ۹۷/۵/۲۰)

چکیده: در این پژوهش نانوذرات $SrFe_{12-x}Mn_1O_{19}$ با مقادیر ۲ و ۱/۵ ،۱ ،۰/۵ ،۰ = x به‌روش سل- ژل ساخته و در دمای $1000\,^oC$ به مدت ۴ ساعت پخت شدند. گرماسنجی نمونه‌ها به روش وزن‌سنجی (TGA) و افتراقی (DTA)، ساختار بلوری توسط پراش پرتو ایکس (XRD) و خواص پیوندی آن‌ها با بیناب‌سنجی تبدیل فوریه فروسرخ (FT-IR) مورد بررسی قرار گرفت. به منظور ریخت‌شناسی نمونه‌ها از میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدانی (FESEM) استفاده شد. همچنین خواص مغناطیسی نمونه‌ها به کمک مغناطیس‌سنج نمونه ارتعاشی (VSM) بررسی و دمای کوری نانوذرات $SrFe_{12-x}Mn_xO_{19}$ با مقادیر ۱ و ۰/۵ ،۰ = x تعیین شد. گرماوزن‌سنجی تشکیل فاز ششگوشی در دمای حدود $953.7\,^oC$ را تأیید می‌کند. نتایج پراش پرتو ایکس افزایش درصد تشکیل فاز با آلایش x=۰/۵ را نشان می‌دهد. نتایج برآمده از منحنی‌های پسماند نمونه‌های تهیه شده روند کاهشی مغناطش اشباع، مغناطش مانده و میدان وادارندگی را با افزایش مقدار آلایش نشان می‌دهد. از طرفی، دمای کوری نمونه‌ها با افزایش مقدار آلایش کاهش یافته است.

واژه‌های کلیدی: *نانو ذرات؛ فریت استرانسیوم؛ سل- ژل؛ دمای پخت؛ خواص ساختاری؛ خواص مغناطیسی.*

مقدمه

فریت‌های شش‌گوشی به شش نوع، X،Z،W،Y،M و U تقسیم می‌شوند. از میان آنها، فریت‌های ششگوشی نوع M کاربرد گسترده‌ای در آهنرباهای دائمی، مواد جاذب امواج ماکروویو، خازن‌ها، رسانه‌های صوتی، حسگرهای زیستی، رسانه‌های و مغناطیسی- اپتیکی دارند [۱-۳]. فریت‌های ششگوشی نوع M یا مغناطوپلومبیت‌ها با فرمول ساختاری $MFe_{12}O_{19}$ شناخته می‌شوند که در آن M می‌تواند یکی از سه یون Sr^{2+}، Ba^{2+} و یا Pb^{2+} باشد. گروه فضایی فریت نوع M به‌صورت $p6_3/mmc$ مشخص می‌شود و ساختار بلوری آن به صورت SRS^*R^* است که در آن S قطعه اسپینلی با ترکیب $Fe_6O_8^{2+}$ و R دارای فرمول $SrFe_6O_{11}^{2-}$ است؛ علامت ستاره نشان دهنده‌ی چرخش ۱۸۰درجه‌ای آن‌ها حول محورc است. بنابراین یاخته یکه $MFe_{12}O_{19}$ شامل دو واحد مولکولی و ۶۴ یون است که در ۱۱جایگاه مختلف توزیع می‌شوند [۴]. یون‌های اکسیژن، جایگاه‌های 4e، 4f، 6h و 12k را اشغال می‌کنند و شبکه تنگ-پکیده را تشکیل می‌دهند، یون‌های استرانسیوم نیز در جایگاه 2d و یون‌های آهن در جایگاه‌های 2a، 2b، 12k، $4f_1$ و $4f_2$ می‌نشینند که 2a، 12k و $4f_2$ جایگاه‌های هشت‌وجهی و 2b و $4f_1$ به‌ترتیب جایگاه‌های دوهرمی با قاعده مثلثی و چاروجهی هستند [۵،۶]. فریت استرانسیوم شش‌گوشی دارای ویژگی‌های یگانه‌ای چون: دمای کوری بالا، ناهمسانگردی مغناطوبلوری شدید، وادارندگی بالا، مقاومت در برابر خوردگی مناسب، اشباع مغناطیسی بالا، سختی مکانیکی مناسب، پایداری شیمیایی، هزینه اندک آماده‌سازی و اتلاف جریان گردابی اندک است [۷-۹]. به طور کلی توزیع اندازه بلورک‌ها و اندازه ذرات بر ویژگی‌های ساختاری و مغناطیسی فریت‌های ششگوشی نوع M تاثیر گذار هستند. همچنین روش ساخت بر خواص نهایی ماده اثر فراوانی دارد [۱۰]. از میان روش‌های ساخت، از جمله روش سل- ژل [۱۱]، همرسوبی [۱۳،۱۲]، پیش ماده سیترات

*نویسنده مسئول، تلفن: ۰۹۱۶۶۱۷۵۵۷۰، نمابر: ۰۶۱-۳۳۳۳۱۰۴۰، پست الکترونیکی: Musavi_ebrahim@yahoo.co.uk

[DOI: 10.29252/ijcm.27.1.245]

[۱۴]، گرمابی [۱۵] و سایر روش‌ها [۱۶-۱۸]، روش سل- ژل محلولی همگن، غیر کلوخه‌ای و اغلب در ابعاد نانو را تولید می‌کند. از آن‌جاکه روش ساخت، مقدار و نوع آلایش در خواص ساختاری و مغناطیسی فریت‌های شش‌گوشی تأثیر گذار است [۱۹]، لذا در این پژوهش تاثیر آلایش Mn بر خواص ساختاری و مغناطیسی فریت شش‌گوشی استرانسیوم ساخته شده به‌روش سل-ژل بررسی شد.

روش بررسی

در گام نخست مقادیر نیترات آهن ۹ آبه ($Fe(NO_3)_3.9H_2O$)، نیترات استرانسیوم ($Sr(NO_3)_2$)، نیترات منگنز ۴ آبه ($Mn(NO_3)_2.4H_2O$) و اسید سیتریک ($C_6H_8O_7$) همه با خلوص ۹۹٫۹٪ براساس عنصرسنجی توزین و سپس به ۱۲۰mL آب یون زادیی شده روی همزن گرمایی، در دمای اتاق افزوده شد. پس از گذشت ۲ ساعت، محلولی همگن به‌دست آمد که با افزودن تدریجی هیدروکسید آمونیوم به محلول،pH آن به ۸ رسانده شد. با افزایش دما تا ۸۰ درجه سانتیگراد، ژلی با چسبندگی بالا تشکیل شد که برای به‌دست آوردن ژل خشک، به مدت ۷۲ ساعت درون کوره الکتریکی با دمای ۹۰ درجه سانتیگراد قرار داده شد. سپس نمونه‌های ساخته شده در دمای $1000\ ^{o}C$ به مدت ۴ ساعت پخت شدند. رفتار گرمایی ژل خشک (بدون آلایش) توسط گرماوزن-سنجی و گرماسنجی افتراقی TG/DTA مدل (STA503) بررسی شد. برای بررسی خواص ساختاری نمونه‌های تهیه شده از پراش‌سنج پرتو ایکس (XRD) فیلیپس، مدل PW-1840 با منبع تابش مس (λ=1.54056Å) استفاده شد. همچنین درصد تشکیل فازها از رابطه (۱)، پارامترهای شبکه a و c از رابطه (۲)، حجم سلول واحد V_{cell} از رابطه (۳) و چگالی پرتو x از رابطه (۴) محاسبه شد [۴].

$$\text{درصد فاز} = \frac{\sum I_{(\text{فاز})}}{A} \quad (۱)$$

$$\frac{1}{d^2} = \frac{4}{3}\left(\frac{h^2+hk+k^2}{a^2}\right) + \frac{l^2}{c^2} \quad (۲)$$

$$V_{cell} = \frac{a^2 c\sqrt{3}}{2} \quad (۳)$$

$$d_x = \frac{ZM}{N_a V_{cell}} \quad (۴)$$

در روابط بالا، I، A، (h, k, l)، Z، N_a و M به‌ترتیب شدت قله، شدت کل، شاخص‌های میلر، تعداد مولکول در یک یاخته (Z=2)، عدد آواگادرو و جرم مولی هستند. همچنین اندازه نانوبلورک‌ها با فرمول شرر (رابطه۵) و معادله‌ی ویلیامسون-هال (رابطه ۶) محاسبه گردید [۲۰].

$$D = \frac{0.89\lambda}{\beta\ cos\theta} \quad (۵)$$

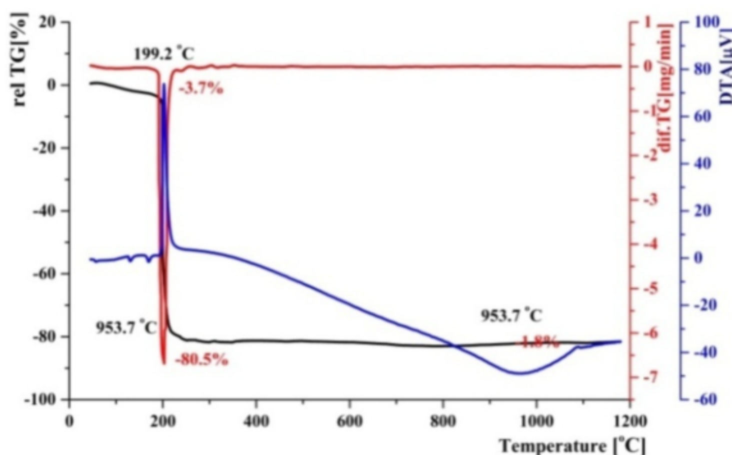
$$\beta\ cos\theta = \frac{0.89\lambda}{D} + 4\epsilon \sin\theta \quad (۶)$$

در معادلات بالا λ، β، θ و ϵ به ترتیب طول موج پرتو x، پهنای قله در نیم ارتفاع بیشینه، زاویه‌ی براگ آن قله و کشش مؤثر هستند. برای بررسی ریخت‌شناسی و اندازه ذرات نمونه‌ها از میکروسکوپ الکترونی روبشی انتشار میدانی (FESEM) بهره گرفته شد. همچنین برای بررسی ویژگی‌های مغناطیسی نمونه-های تهیه شده از مغناطیس‌سنج نمونه ارتعاشی (VSM) استفاده شد. پیوندهای شیمیایی با استفاده از بیناب سنجی تبدیل فوریه فروسرخ (FT-IR) بررسی شد. کمیت دیگری که نقش مهمی در خواص مغناطیسی دارد دمای کوری نمونه-هاست که به وسیله ترازوی فاراده محاسبه شد.

بحث و بررسی

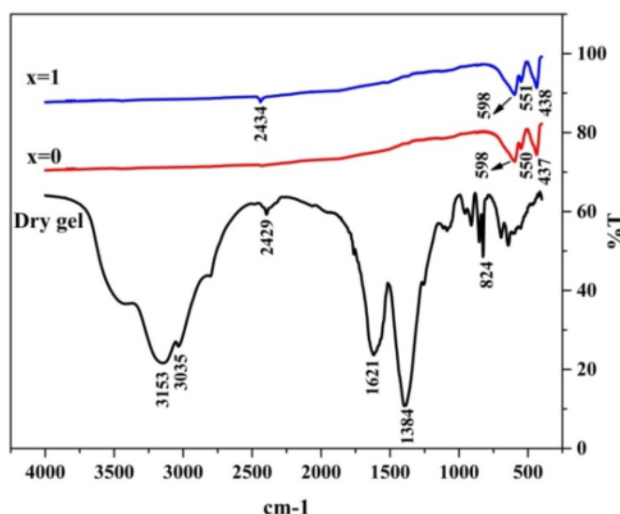
شکل ۱ نتایج گرماوزن‌سنجی و گرماسنجی افتراقی ژل خشک (بدون آلایش Mn^{2+}) را نشان می‌دهد. این شکل درصد کاهش وزن نمونه را در گستره دمایی $50\ ^{o}C$ تا $1200\ ^{o}C$ نمایش می‌دهد. مرحله نخست کاهش وزن (حدود ٪۳٫۷) که در $60\ ^{o}C$-$199\ ^{o}C$ دیده می‌شود، مربوط به تجزیه نیترات‌ها و حذف آب جذب شده در سطح و یا آب موجود در واکنش دهنده‌ها مانند نیترات‌ها است [۲۱]. در این گستره دمایی منحنی نمودار تغییرات گرمایی DTA دو قله گرماگیر نه چندان قوی در $130.4\ ^{o}C$ و $170.3\ ^{o}C$را نشان می‌دهد. دومین گام کاهش وزن در گستره $199.2\ ^{o}C$ تا $212.1\ ^{o}C$ (٪۷۶٫۸) روی می‌دهد که با قله‌ای گرماده و قوی در $202.4\ ^{o}C$ همراه است. این قله به دلیل تغییر ساختار و تجزیه هیدروکسیدهای فلزی و اسید سیتریک ضمن فرایند، ایجاد شده است [۲۲]. آخرین کاهش وزن که در گستره دمایی $212.1\ ^{o}C$-$953.7\ ^{o}C$ (٪۱٫۸) دیده می‌شود،مربوط به تشکیل اکسیدهای فلزی مختلف و مونو هگزا فریت‌هاست [۲۳]. قله‌ی گرماده مشاهده شده در $956.1\ ^{o}C$ نمودار DTA دقیقاً متناظر با نتایج TGA است که در این دما تشکیل فاز فریت ششگوشی کامل می‌شود.

[DOI: 10.29252/ijcm.27.1.245]



شکل ۱ نتایج گرما وزن سنجی و گرماسنجی افتراقی ژل خشک $SrFe_{12-x}Mn_xO_{19}$ با ۰ = x.

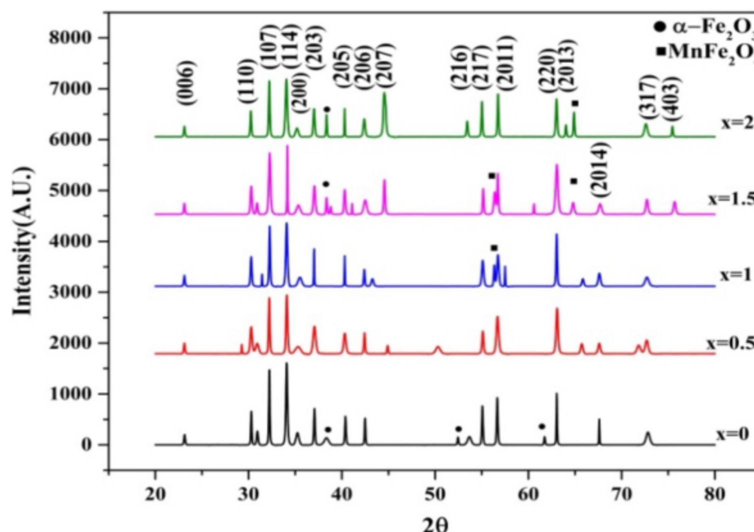
شکل ۲ بیناب‌های تبدیل فوریه فروسرخ (FT-IR) سه نمونه ژل خشک بدون آلایش و دو نمونه پخت شده با ۱ و ۰ = x را در گستره $^{-1}$۴۰۰۰cm-$^{-1}$۴۰۰ cm نشان می‌دهد. در گستره بین $^{-1}$۸۰۰cm-$^{-1}$۴۰۰ cm برای نمونه بدون آلایش و پخت نشده تعداد زیادی نوار جذبی وجود دارد. این در حالی است که در همین گستره بسامدی برای دو نمونه پخت شده سه نوار جذبی مشخصه به ترتیب در $^{-1}$۴۳۷cm-$^{-1}$۵۵۰cm،$^{-1}$۵۹۸cm و $^{-1}$۴۳۸cm-$^{-1}$۵۵۱cm -$^{-1}$۵۹۸ cm وجود دارد. این نوارهای مشخصه مربوط به ساختار ششگوشی استرانسیوم هستند [۲۱]. از آن‌جاکه جرم اتمی و شعاع یون آلایش دهنده، مولفه‌های تاثیرگذار در جابجایی بسامد جذب هستند، بنابراین با نشانی یون، با یونی کوچکتر و یا سبکتر، نوار جذبی به سمت بسامدهای بالاتر جابجا می‌شود [۲۴]. در نتیجه تغییر ناچیز در بسامد قله‌ها به این دلیل است که اثر بزرگی شعاع یون منگنز (Å ۰٫۸) نسبت به یون آهن (Å ۰٫۶۴) و جرم اتمی منگنز (۵۴٫۹۳۸ g/mol) نسبت به جرم اتمی آهن (۵۵٫۸۴۵ g/mol) خنثی می‌شود. در ژل خشک نوارهای جذبی $^{-1}$۸۲۴cm و $^{-1}$۱۳۸۴cm مربوط به پیوند نوسانی کششی و $^{-1}$۱۶۲۱cm،$^{-1}$۳۰۳۵cm و $^{-1}$۳۱۵۳cm مربوط به آب جذب شده توسط ژل هستند [۲۱]. نمونه بی آلایش پخت نشده در $^{-1}$۲۴۲۹ cm و نمونه آلاییده پخت شده در $^{-1}$۲۴۳۴cm دارای قله کوچک و تیزی هستند، در حالی که نمونه بی آلایش پخت شده جذبی مشابه قله‌ای پهن را نشان می‌دهد. این نوار جذبی به دلیل آزادسازی دی‌اکسید کربن توسط اسید سیتریک به وجود آمده است [۲۵].



شکل ۲ بیناب‌سنجی تبدیل فوریه فروسرخ (FT-IR) برای ژل خشک (بدون آلایش) و نانوذرات $SrFe_{12-x}Mn_xO_{19}$ پخت شده با مقادیر ۱ و ۰ = x .

[DOI: 10.29252/ijcm.27.1.245]

شکل ۳ طیف‌های XRD نمونه‌های پخت شده بدون آلایش و آلاییده با مقادیر ۲ و ۱/۵ ،۱ ،۰/۵، ۰/۰ = x را نشان می‌دهد. در همه نمونه‌ها قله‌های اصلی فریت ششگوشی $SrFe_{12}O_{19}$ وجود دارد. در نمونه بدون آلایش تعدادی از قله‌های مربوط به هماتیت نیز دیده می‌شود که با افزایش مقدار x تا مقدار ۰/۵ این فاز از بین می‌رود و جایگزینی Mn^{2+} به خوبی روی داده است. علت این را می‌توان به کاهش مقدار آهن نسبت داد. در آلایش با مقدار x=۱، فاز $MnFe_2O_4$ نیز به دلیل افزایش مقدار منگنز آشکار می‌شود. همچنین در آلایش با مقدار ۱/۵ و x=۲ علاوه بر $MnFe_2O_4$ فاز هماتیت نیز دوباره ظاهر می‌شود. ظهور دوباره این فاز را می‌توان به افزایش بی‌نظمی در ساختار ششگوشی به‌دلیل افزایش مقدار آلایش نسبت داد، زیرا تغییر نسبت Fe^{3+}/Mn^{2+} نقشی کلیدی در تشکیل ساختار $SrFe_{12}O_{19}$ دارد [۱۰]. در جدول ۱ درصد تشکیل فازهای ایجاد شده، ثابت‌های شبکه (a و c)، حجم یاخته یکه و چگالی پرتو x نمونه‌ها آورده شده است. ثابت‌های شبکه a و c با تغییر مقدار آلایش دچار تغییر می‌شوند. این تغییرات را می‌توان به تفاوت شعاع یونی Fe^{3+} (۰/۶۴ Å) و Mn^{2+} (۰/۸ Å) مربوط دانست. با توجه به رابطه‌های (۲) و (۳) که وابستگی حجم یاخته یکه و چگالی پرتو x را به ثابت‌های شبکه نشان می‌دهد، تغییر مقادیر این ثابت‌ها به تغییر حجم یاخته یکه و چگالی پرتو x می‌انجامد. در جدول۲ نیز اندازه نانوبلورک‌های همه نمونه‌ها محاسبه شده با فرمول شرر و معادله ویلیامسون- هال [۲۶] و نتایج این بررسی‌ها در شکل‌های ۴ آورده شده‌است. برای محاسبه‌ی مقدار کشش موثر شبکه و اندازه نانوبلورک‌ها از رسم نمودار $\beta \cos\theta$ بر حسب $\sin\theta$ استفاده شد که شیب نمودار مقدار 4ϵ و عرض از مبدأ نمودار مقدار $\frac{0.89\lambda}{D}$ را مشخص می‌کند. چنان که دیده می‌شود، در همه نمودارها مقدار کشش مؤثر شبکه مقداری منفی است که به معنای وجود کشش تراکمی و توزیع یکنواخت نانو بلورک‌های موجود در ساختار است، زیرا مثبت بودن این کمیت نشان می‌دهد که فاصله صفحات بلوری متناظر، به علت وجود نقص‌های ساختاری یکسان نیست [۲۱]. همچنین با آلایش Mn، اندازه بلورک‌ها به مقدار اندکی تغییر می‌کند که می‌تواند به دلیل تغییر اندک ثابت‌های شبکه باشد. همچنین در شکل ۵ نمودار تغییر اندازه بلورک‌ها بر اساس فرمول شرر و معادله ویلیامسون – هال رسم شده‌است که روند تغییرات مشابه این روابط به ازای آلایش‌های یکسان را نشان می‌دهد.



شکل۳ الگوهای پراش پرتو ایکس نانوذرات $SrFe_{12-x}Mn_xO_{19}$ با مقادیر ۲ و ۱/۵ ،۱ ،۰/۵، ۰ = x.

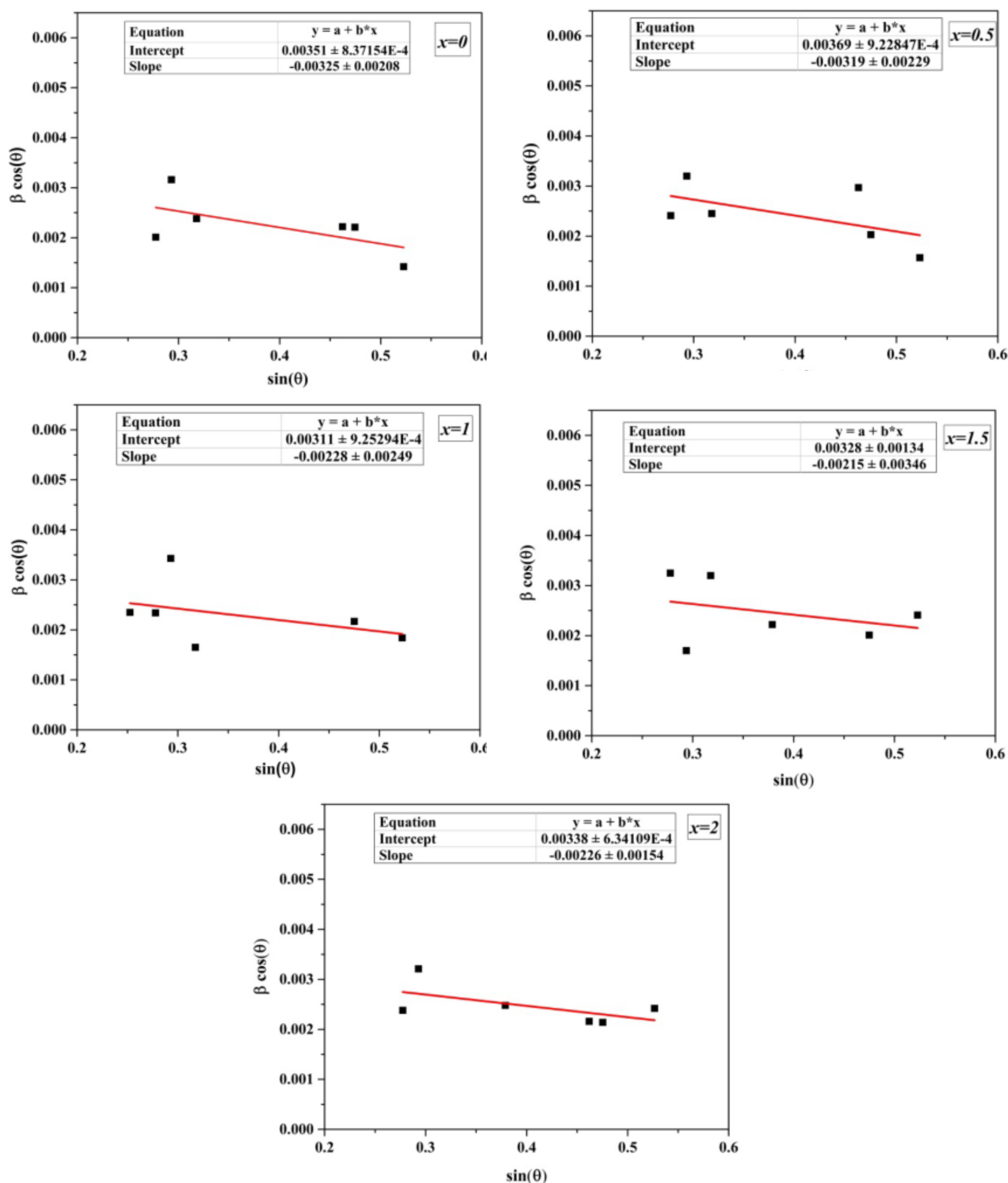
جدول ۱ درصد فاز، پارامترهای شبکه، حجم یاخته یکه و چگالی پرتو ایکس برای نانوذرات $SrFe_{12-x}Mn_xO_{19}$ با مقادیر ۲ و ۱/ ۵ ،۱ ،۰/۵، ۰ =x.

مقدار آلایش	درصد تشکیل فاز $SrFe_{12}O_{19}$	درصد تشکیل فاز هماتیت	درصد تشکیل فاز $MnFe_2O_4$	a(Å)	c(Å)	V_{cell}(Å^3)	d_x(g/cm^3)
x=۰	۹۵/۸۶	۴/۱۴	۰	۵/۸۹۵	۲۳/۱۶۳	۶۹۶/۶۲۳	۵/۰۶۱
x=۰/۵	۱۰۰	۰	.	۵/۸۹۰	۲۳/۱۵۱	۶۹۵/۵۵۴	۵/۰۷۰
x=۱	۹۶/۲۱	۰	۳/۷۹	۵/۸۹۷	۲۳/۰۹۵	۶۹۵/۵۲۷	۵/۰۶۵
x=۱/۵	۹۴/۳۶	۲/۳۵	۳/۲۹	۵/۸۹۰	۲۳/۱۷۴	۶۹۶/۲۴۵	۵/۰۵۸
x=۲	۹۴/۵۳	۲/۵۱	۲/۹۶	۵/۸۹۶	۲۳/۱۶۸	۶۹۷/۴۸۳	۵/۰۴۷

[DOI: 10.29252/ijcm.27.1.245]

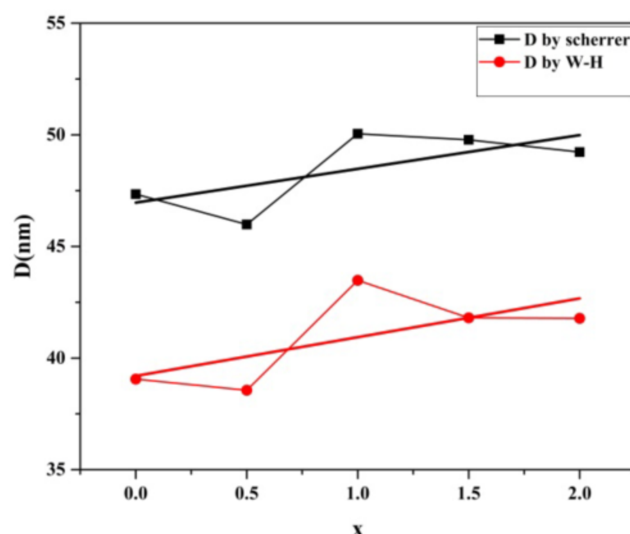
جدول۲ اندازه نانوبلورک‌ها با استفاده از فرمول شرر و معادله ویلیامسون – هال و مقدار کشش مؤثر شبکه برای نانوذرات $SrFe_{12-x}Mn_xO_{19}$ با مقادیر ۲ و ۵ /۱ ، ۱، ۰/۵، ۰ = x.

مقدار آلایش	معادله ویلیامسون- هال		فرمول شرر(D(nm
	D(nm)	$\varepsilon(\times 10^{-4})$	
x =۰	۳۹/۰۶	-۸/۱۲۵	۴۷/۳۴۱
x = ۰/۵	۳۸/۵۵۷	-۷/۹۷۵	۴۵/۹۵۶
x =۱	۴۳/۴۸۶	-۵/۷۰	۵۰/۰۴۷
x =۱/۵	۴۱/۸۰	-۵/۳۷۵	۴۹/۷۷۵
x = ۲	۴۱/۷۸۱	-۵/۶۵	۴۹/۲۲۸



شکل۴ نمودار تغییرات βcosθ بر حسب sinθ برای نانوذرات $SrFe_{12-x}Mn_xO_{19}$ با مقادیر ۲ و ۱/۵ ،۱ ،۰/۵ ،۰ = x.

[DOI: 10.29252/ijcm.27.1.245]



شکل۵ نمودار تغییرات اندازه نانوبلورک‌ها به روش شرر و معادله ویلیامسون – هال.

شکل ۶ حلقه‌های پسماند نمونه‌ی بدون آلایش و نمونه‌های آلایش داده‌شده را در میدان مغناطیسی اعمالی با مقدار بیشینه ۱۵kOeدر دمای اتاق نمایش می‌دهد که می‌توان از این نمودار مقادیر مغناطش اشباع، مغناطش پسماده و میدان وادارندگی را به‌دست آورد (جدول ۳). با جانشینی آهن توسط منگنز، مقادیر مغناطش اشباع (M_S) و میدان وادارندگی (H_C) کاهش می‌یابد. از آنجاکه Fe^{3+} در جایگاه‌های 2a، 2b و 12k با گشتاور مغناطیسی مثبت (جهت بالا) و در جایگاه‌های $4f_1$ و $4f_2$ با گشتاور مغناطیسی منفی (جهت پایین) قرار می‌گیرد، می‌توان گشتاور مغناطیسی نمونه‌ها را با استفاده از رابطه۷ به‌دست آورد [۲۳].

$$\vec{m} = (2a\uparrow) + (2b\uparrow) + (12k\uparrow) + (4f_1\downarrow) + (4f_2\downarrow) \quad (۷)$$

با جایگزینی Mn^{2+} به‌جای Fe^{3+} برخی از حالات ظرفیتیFe^{3+} به Fe^{2+} تغییر می‌کند. از آنجاکه گشتاور مغناطیسی Fe^{2+} ($4\mu_B$) کمتر از گشتاور مغناطیسی Fe^{3+} ($5\mu_B$) است، با جایگزینی Mn^{2+} به جای Fe^{3+} مغناطش نمونه‌های آلاییده با کاهش مواجه می‌شود. به‌علاوه کاهش میدان وادارندگی به دلیل کاهش میدان ناهمسانگردی مغناطوبلوری است [۲۳]. دلیل دیگری که می‌توان برای کاهش میدان وادارندگی بیان کرد آن است که جایگاه‌های $4f_2$ و 2b در تغییر میدان ناهمسانگردی سهم عمده‌ای دارند و در صورت اشغال این جایگاه‌ها توسط ماده مغناطیسی Fe^{3+} میدان ناهمسانگردی مغناطوبلوری و در نتیجه میدان وادارندگی کاهش می‌یابد. با توجه به کاهش مغناطش اشباع می‌توان قرارگیری Mn^{2+} را در جایگاه 2b تصور کرد که علاوه بر کاهش مغناطش اشباع، موجب کاهش میدان وادارندگی نیز می‌شود. عامل سوم که می‌تواند موجب کاهش میدان وادارندگی شود، اندازه دانه‌هاست که با رابطه زیر به H_C مربوط می‌شود [۲۸]:

$$H_c = \frac{D_c}{D^{۱/۸}} \quad (۸)$$

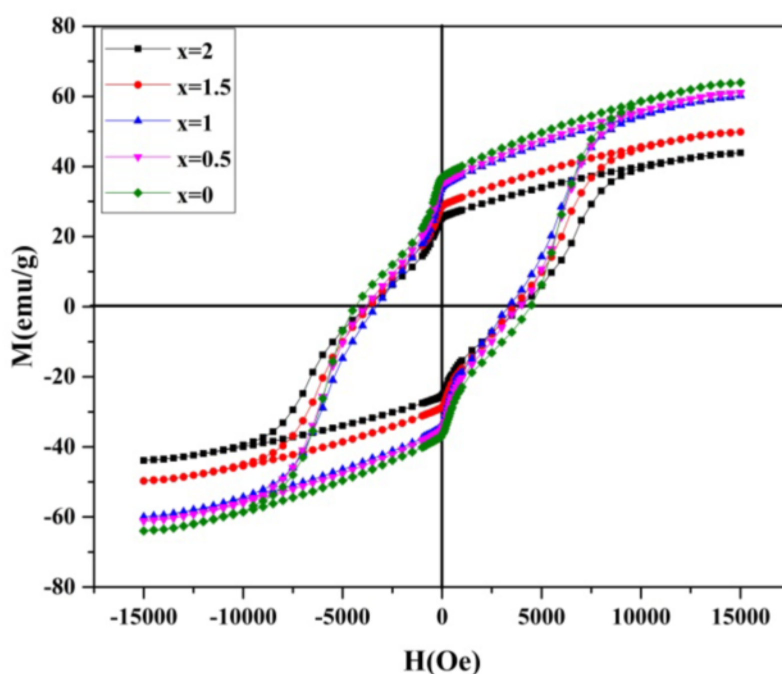
که در این رابطه، D_c قطر دانه تک‌حوزه و D اندازه دانه‌هاست. از آن‌که اندازه بحرانی برای تشکیل تک حوزه برای ساختار $SrFe_{12}O_{19}$ برابر با ۶۵۰nm است [۲۷]، بنابراین نمونه‌های ساخته شده همه تک حوزه هستند. با توجه به شکل ۵ که تغییرات اندازه نانوبلورک‌ها را به ازای آلایش‌های مختلف نشان می‌دهد، می‌توان نتیجه گرفت که افزایش اندازه نانوبلورک‌ها نیز در کاهش میدان وادارندگی اثرگذار است.

به منظور بررسی ریخت شناسی ذرات از میکروسکوپ الکترونی روبشی با انتشار میدانی استفاده شده است. تصاویرنمونه‌های تهیه شده، در شکل ۷ آورده شده است. دیده می‌شود که ریخت‌شناسی و مرزبندی دانه‌ها با آلایش دچار تغییر شده است، به‌طوری‌که اندازه ذرات در مقدار آلایش ۰/۵=

[DOI: 10.29252/ijcm.27.1.245]

x نسبت به نمونه بدون آلایش، دچار کاهش و چگالی تعداد ذرات نیز افزایش یافته است، در حالی که با افزایش مقدار آلایش به مقدار x =۱ اندازه ذرات افزایش می‌یابد.

شکل ۸ که نتایج محاسبه دمای کوری به روش ترازوی فاراده است، نمودار تغییرات مغناطش نمونه‌های بدون آلایش و آلایش داده شده با ۱ و x = ۰٫۵ را بر حسب دما نشان می‌دهد. این نمودار نشان دهنده تغییر ماهیت مغناطیسی نمونه از حالت فرومغناطیس به حالت پارامغناطیس در دمای کوری است. دمای کوری اندازه‌گیری شده برای نمونه بدون آلایش برابر با ۴۲۵°C است. این دما برای نمونه های آلایش داده شده با ۱ و x = ۰٫۵ به ترتیب ۳۴۵°C و ۳۱۴°C است. کاهش دمای کوری را می‌توان به دلیل کاهش برهم‌کنش درون‌شبکه‌ای یون‌های آهن به دلیل افزودن Mn^{2+} به ساختار دانست [۲۹]. همچنین با توجه به نمودارها می‌توان مشاهده کرد که با افزایش مقدار آلایش، اندازه مغناطش در همه دماها کاهش می‌یابد که با نتایج به دست آمده از مغناطیس سنج نمونه ارتعاشی (VSM) همخوانی دارد.

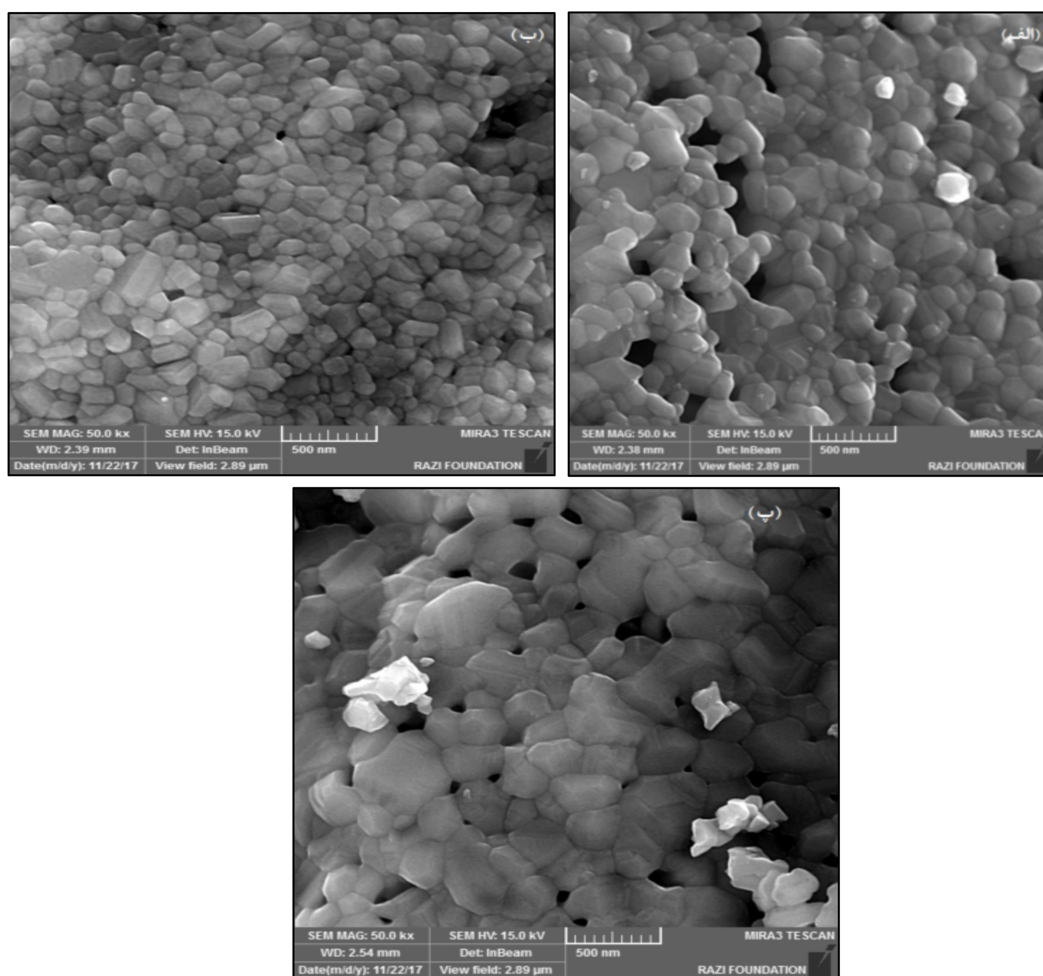


شکل۶ منحنی‌های پسماند نانوذرات $SrFe_{12-x}Mn_xO_{19}$ با مقادیر ۲ و ۱٫۵ ،۱ ،۰٫۵ ،۰ = x.

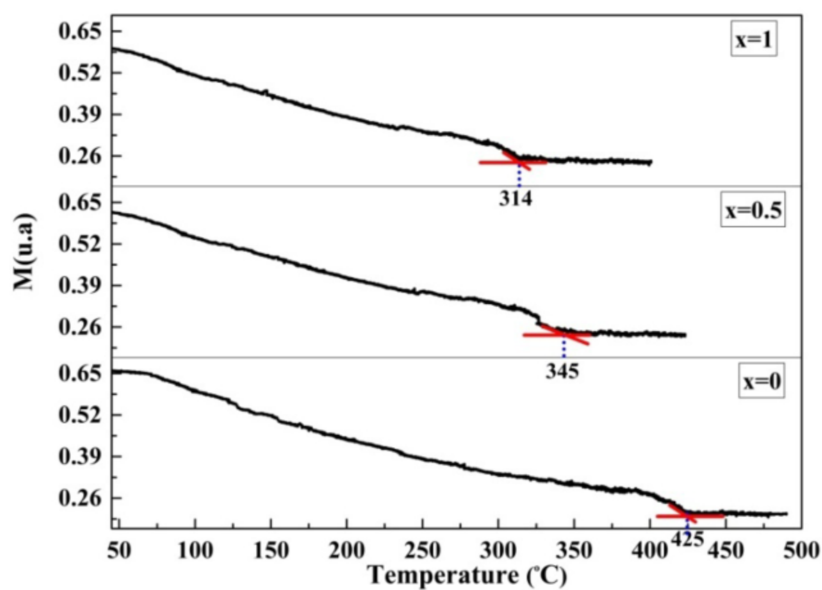
جدول۳ مغناطش اشباع، مغناطش پسمانده و میدان وادارندگی برای نانوذرات $SrFe_{12-x}Mn_xO_{19}$ با مقادیر ۲ و ۱٫۵ ،۱ ،۰٫۵ ،۰ = x.

مقدار آلایش	M_S (emu/g)	M_r(emu/g)	H_C(Oe)
x=۰	۶۴٫۱۰	۳۷٫۰۱	۴۵۰۲٫۳۱
x=۰٫۵	۶۱٫۷۵	۳۵٫۲۶	۴۰۰۵٫۵۱
x=۱	۵۹٫۹۸	۳۴٫۰۲	۳۴۱۶٫۱۰
x=۱٫۵	۵۰٫۵۷	۲۸٫۷۵	۳۷۰۲٫۳۸
x=۲	۴۹٫۰۹	۲۴٫۳۵	۴۰۰۳٫۷۶

[DOI: 10.29252/ijcm.27.1.245]



شکل ۷ تصاویر FESEM نانوذرات $SrFe_{12-x}Mn_xO_{19}$ با مقادیر الف) x= ۰، ب) x = ۰/۵ و پ) x =۱.



شکل ۸ نمودار تغییرات مغناطش بر حسب دما برای نانوذرات $SrFe_{12-x}Mn_xO_{19}$ با مقادیر ۱ و ۰/۵، ۰ = x.

[DOI: 10.29252/ijcm.27.1.245]

برداشت

در این پژوهش، نانوذرات $SrFe_{12-x}Mn_xO_{19}$ با مقادیر ۲ و ۱/۵ ،۱ ،۰/۵ ،۰ = x تهیه شدند. بررسی‌های ساختاری، ریزساختاری و ریخت شناسی نمونه‌ها تشکیل فاز ششگوشی را برای همه نمونه‌ها و ایجاد ذراتی در ابعاد نانومتری را تایید می‌کند. براساس نتایج XRD مقدار بهینه آلایش برای تشکیل فاز ششگوشی، مقدار ۰/۵ = x است. نتایج بررسی خواص مغناطیسی نمونه‌ها با استفاده از VSM نشان دهنده کاهش مقادیر مغناطش اشباع، مغناطش پسماده و میدان وادارندگی با افزایش مقدار آلایش است. همچنین دمای کوری نمونه بدون آلایش ۴۲۵ ^oC از سایر نمونه‌ها بالاتر است. به‌علاوه مغناطش همه‌ی نمونه‌ها با افزایش دما و افزایش مقدار آلایش کاهش می‌یابد.

مراجع

[1] Rehman, M.S., Asghar G.,"*Variation in structural and dielectric properties of coprecipitated nanoparticals strontium ferrite due to value of pH*", Journal of alloys and compounds, 509 (2011) 435-439.

[2] Hashhash A., Kasar M., *"Influence of Ce-Substitution on Structural, Magnetic and Electrical Properties of Cobalt Ferrite Nanoparticles*", Journal of Electronic materials, 45 (2016) 321-329.

[3] Amirabadizade A., Rasouli M. R., Sarhaddi R.,"*Structural and magnetic properties of Co0.5Ni0.5-xMnxFe2O4 (x = 0, 0.15, 0.25, 0.35, 0.5) ferrite nanoparticles prepared via sol-gel auto-combustion method*", Journal of Advances in Physics, 3 (2013) 267-271.

[4] Mousavi Ghahfarokhi S.E., Hosseini S., Zargar Shoushtari M.," *Fabrication and investigation of the magnetic and dielectric properties of M- type strontium hexaferrite nanoparticles* ",Iranian Journal of Crystallography and Mineralogy, 23 (2015) 359-372.

[5] Jamalian M., Ghasemi A., Paimozd E., *"A comparison of the magnetic and microwave absorption properties of Mn-Sn-Ti substituted strontium ferrite with and without multi-walled carbon nanotube"*, Current Applied Physics, 14 (2014) 909-915.

[6] Sözeri H., Deligöz H., Kavas H., Baykal A., *"Magnetic, dielectric and microwave properties of M–Ti substituted barium hexaferrites (M =Mn^{2+}, Co^{2+}, Cu^{2+}, Ni^{2+}, Zn^{2+})"*, Current Applied Physics, 40 (2014) 8645-8657.

[7] Young M., *"High saturation magnetization in La–Ce–Zn–doped M-type Sr-hexaferrites"*, Ceramic International 41, (2015) 4354-4359.

[8] Gordani G.R., Ghasemi A., Saidi A.,"*Enhancedmagnetic properties of substituted Sr-hexaferrite nanoparticles synthesized by co-precipitation method*" Ceram. Int.40 (2014) 4945–4952.

[9] Mousavi Ghahfarokhi S.E., Alikhani K., Zargar Shoushtari M.," *The effect of annealing temperature on structural, magnetic and dielectric properties of $PbFe_{11}Co_1O_{19}$nanopartices*" ,Iranian Journal of Crystallography and Mineralogy, 25 (2017) 655-666.

[10] Bozinaro M.A.P., Ferriera N.S., Cunha F., Macedo M.A., "*Hopkinson effect ,structural and magnetic properties of M-type Sm^{3+}-doped $SrFe_{12}O_{19}$ nanoparticles produced by aproteic sol–gel process*", Ceram.Int.42 (2016) 5865–5872.

[11] Teh G.B., Nagalingam S., Jafferson D.A.,"*Preparation and studies of Co(II)and Co (III) substituted barium ferrite prepared by sol–gel method*",Mater. Chem. Phys.101(2007)158-165.

[12] Iqbal M. J., Ashiq M. N., Gul I. H., *"Physical, Electrical and Dielectric Properties of Ca-Substituted Strontium Hexaferrite(SrFe12O19)Nanoparticles Synthesized by Co-Precipitation method*",Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 322 (2010) 1720-1726.

[13] Bolooki F., Khandan Fadaen H., Lotfi Orimi R.,"*Effect of Mn^{2+} substitution on the structure and magnetic properties of nanosized $Ni_{(0.5-x)}Mn_xZn_{0.5}Fe_2O_4$ (x = 0, 0.25, 0.35, 0.5) ferrites prepared by co-precipitation method*" ,Iranian Journal of Crystallography and Mineralogy, 23, (2015) 285-294.

[14] Yang N., Yang H., Jia J., Pang X.,*"Formation and Magnetic Properties of Nanosized*PbFe12O19 Particles *Synthesized by Citrate Precursor Technique,"* Journal of Alloys and Compounds, 438 (2007) 263-269.

[15] Thakur A., Sharma P., Thakur P.,"*Effectofhighspin Mn^{2+}/Mn^{3+} ions on microstructural ,optical, magnetic and electrical properties of hydrothermally prepared Ni–Mg nanoferrites*",Int.J.Mod.Phys.B29 (2015)1550183.

[DOI: 10.29252/ijcm.27.1.245]

[16] QiaoW. Li X.,LiuM.Li,T., PengH.X., *Laand Cosubstituted M-type barium ferrites processed by sol–gel combustion synthesis*",Mater.Res.Bull.48(2013) 4449–4453.

[17] An G.H., Hwang T.Y., Kim J., KimJ.B.,Kang N., KimS.,Choi Y.M.,Choa Y.H., " *Barium hexaferrite nanoparticles with high magnetic properties by salt assisted ultrasonic spray pyrolysis*",J.Alloy.Compd.583(2014)145-151.

[18] Mathur P.,Thakur A., Singh M.,"*Effect of particle size on the properties of Mn– Zn–In ferrites*",Phys.Scr.77(2008)025701.

[19] Kiani E.,Rozatian A.S.H., Yousefi M.H.,"*Structural, magnetic and microwave absorption properties of $SrFe_{12-2x}(Mn_{0.5}Cd_{0.5}Zr)_xO_{19}$ ferrite*",Journal of magnetism and magnetic materials, 361(2014)25-29.

[20] MotavalliZadeh L., Sepahvand F.,"*Investigation of the effect of annealing temperature on lattice micro strains of SnO_2nano particles prepared by sol-gel method*" ,Iranian Journal of Crystallography and Mineralogy, 24, 3 (2016) 493-502.

[21] Silva W.M.S.,Ferriera N.S., Soares J.M., Da Silva R.B., Macedo M.A.,"*Investigation of structural and magnetic properties of nanocrystalline Mn-doped $SrFe_{12}O_{19}$ prepared by proteic sol–gel process*", Journal of magnetism and magnetic materials, 395 (2015) 263-270.

[22] Fuzhan S., Xiangqian S.,Mingquan L., Jun X.,"*Preparation and magnetic properties of $SrFe_{12}O_{19}/Ni_{0.5}Zn_{0.5}Fe_2O_4$ nanocomposite ferrite microfibers via sol–gel process*", Materials Chemistry and Physics, 126 (2011) 791-796.

[23] Khademi F.,Poorbafrani A., Kameli P., Salamati H.," *Structural, Magnetic and Microwave Properties of Eu-doped Barium Hexaferrite Powders*", J Supercond Nov Magn., 25 (2012)525–531.

[24] Mingquan L., Xiangqian S.,Fuzhan S., Jun X.,Xianfeng M.,"*Microstructure and magnetic properties of electro spun one-dimensional Al^{3+}-substituted $SrFe_{12}O_{19}$ nanofibers*",Journal of Solid State Chemistry, 184 (2011) 871–876.

[25] Alange R.C.,Khirade P.P.,Birajdar S.D., Humbe A.V.,Jadhav K.M. ," *Structural, magnetic and dielectrical properties of Al-Cr Co-substituted M-type barium hexaferrite nanoparticles*", Journal of Molecular Structure,1106 (2016) 460-467.

[26] Khorami GH., Mousavi M.," *Effect of gelatin on structural properties of lead-free piezoelectric $(K_{0.5}Na_{0.5})$ NbO_3nanopowders synthesized by a modified sol-gel route in gelatin media*" ,Iranian Journal of Crystallography and Mineralogy, 25 (2017) 647-654.

[27] Asghar G.,Rehman M.A.," *Structural, dielectric and magnetic properties of Cr–Zn doped strontiumhexa-ferrites for high frequency applications*", Journal of Alloys and Compounds, 526 (2012) 85– 90

[28] Young M. K., Kyoung S.M.," *Magnetic properties of Ce–Mnsubstituted M –typeS r-hexaferrites*", Ceramics International, 41(2015)12828–12834.

[29] Soman V., Nanoti V.M., Kulkarni D.K.," *Dielectric and magnetic properties of Mg–Ti substituted barium hexaferrite*", Ceramics Internationa, l 39 (2013) 5713–5723.

[DOI: 10.29252/ijcm.27.1.245]